

## METHOD FOR PRODUCING CHLOROSULFONYL ISOCYANATE

<p>[71] Applicant: NIPPON SODA CO [72] Inventors: OSAWA MICHIO [21] Application No.: JP2002179363A [22] Filed: 20020620 [43] Published: 20040122 [30] Priority: JP JP2002179363A 20020620</p> <p><u>Go to Fulltext</u></p>	<p>[No drawing]</p>
<p>[57] Abstract:</p> <p>PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a simple method for producing high-purity chlorosulfonyl isocyanate in high yield.</p> <p>SOLUTION: In the method for producing the chlorosulfonyl isocyanate by reacting sulfur trioxide and cyanogen chloride, liquid sulfur trioxide and liquid cyanogen chloride are continuously supplied to a reaction system kept at 50-110°C at a ratio of 0.9 to 1.1 mols of the cyanogen chloride to 1 mol of the sulfur trioxide and the chlorosulfonyl isocyanate is caused to present in the reaction system at a concentration of 50% or higher. In a continuous production system, liquid sulfur trioxide and liquid cyanogen chloride are continuously supplied to the reaction system so as to be left behind in the system for 30 minutes or more, while the reaction mixture is continuously drawn out of the system.</p> <p>COPYRIGHT: (C)2004,JPO&amp;Japio</p> <p>[52] US Class:</p> <p>[51] Int'l Class: C07C030700 C07C030306</p> <p>[52] ECLA:</p>	

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-18500

(P2004-18500A)

(43) 公開日 平成16年1月22日(2004.1.22)

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>

C07C 303/06

C07C 307/00

F I

C07C 303/06

C07C 307/00

テーマコード (参考)

4H006

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願2002-179363 (P2002-179363)  
 (22) 出願日 平成14年6月20日 (2002.6.20)

(71) 出願人 000004307  
 日本曹達株式会社  
 東京都千代田区大手町2丁目2番1号  
 (74) 代理人 100113860  
 弁理士 松橋 泰典  
 (72) 発明者 大沢 通世  
 富山県高岡市向野本町300 日本曹達  
 株式会社高岡工場内  
 Fターム(参考) 4H006 AA02 AC61 BC10 BC31 BC37

(54) 【発明の名称】 クロロスルホニルイソシアネートの製造方法

## (57) 【要約】

【課題】 高収率で高純度のクロロスルホニルイソシアネートを、簡単な方法で製造する。

【解決手段】 無水硫酸とクロロシアンとを反応させてクロロスルホニルイソシアネートを製造する方法において、液体の無水硫酸と液体のクロロシアンを反応系中へ連続的に供給し、反応系の温度を50～110℃に保持し、クロロシアンを無水硫酸1モルに対して0.9乃至1.1モルの割合で供給し、クロロスルホニルイソシアネートを反応系に50%以上存在させ、連続的に製造する場合には、30分以上の滞留量となるように液体の無水硫酸と液体のクロロシアンを反応系中へ連続的に供給し反応系の反応液を連続的に引き出す製造法。

【効果】 95%以上の収率で99%以上の高純度のクロロスルホニルイソシアネートを、原料気化工程を要せずに製造することが可能である。

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

無水硫酸とクロロシアンとを反応させてクロロスルホニルイソシアネートを製造する方法において、液体の無水硫酸と液体のクロロシアンを反応系中へ連続的に供給し、50～110℃で反応させることを特徴とするクロロスルホニルイソシアネートの製造方法。

## 【請求項 2】

クロロシアンを無水硫酸 1 モルに対して 0.9 乃至 1.1 モルの割合で連続的に供給する請求項 1 の製造方法

## 【請求項 3】

クロロスルホニルイソシアネートを反応系に 50% 以上存在させる請求項 1 又は請求項 2 記載の製造方法。

## 【請求項 4】

30 分以上の無水硫酸とクロロシアンの供給量に相当する反応液が滞留するように、液体の無水硫酸と液体のクロロシアンを反応系中へ連続的に供給し反応系の反応液を連続的に引き出す請求項 1、請求項 2 記載又は請求項 3 の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、クロロスルホニルイソシアネートの製造法であり、医薬品、農薬の中間原料として工業的に重要な化合物である。

## 【0002】

## 【従来の技術】

クロロスルホニルイソシアネートは、従来から無水硫酸とクロロイソシアネートとの反応で合成できることが知られており、その製造条件が種々報告されている。

例えば、特開 2000-53630 号特許公報には -10～17℃で、特開平 1-228955 号特許公報及び特開平 4-164064 号特許公報には 10～50℃で、特開昭 63-77855 号特許公報には 20～50℃で反応させる方法が記載されている。

また、100～200℃の高温で反応させる方法が西独特許 928896 号及び欧州特許 294613 B1 号に記載されている。

## 【0003】

これらの方法は、収率、副生物の生成、原料のガス化等プロセス制御の観点からまだ十分な方法とはいえない。

## 【0004】

## 【発明が解決しようとする課題】

したがって、本発明は、無水硫酸とクロロシアンとの反応により高純度のクロロスルホニルイソシアネートを高収率で経済的に製造する方法を提供する。

## 【0005】

## 【課題を解決するための手段】

無水硫酸とクロロシアンとを反応させてクロロスルホニルイソシアネートを製造する方法において、液体の無水硫酸と液体のクロロシアンを反応系中へ連続的に供給し、50～110℃に保って反応させるクロロスルホニルイソシアネートの製造方法であり、クロロシアンを無水硫酸 1 モルに対して 0.9 乃至 1.1 モルの割合で連続的に供給する製造方法であり、クロロスルホニルイソシアネートを反応系に 50% 以上存在させる製造方法であり、30 分以上の無水硫酸とクロロシアンの供給量に相当する反応液が滞留するように、液体の無水硫酸と液体のクロロシアンを反応系中へ連続的に供給し反応系の反応液を連続的に引き出す製造方法である。

## 【0006】

## 【発明の実施の形態】

本発明において使用される無水硫酸は、液状のものであればいずれも使用出来るが、γ型が望ましく重合防止した安定化無水硫酸が好ましい。

10

20

30

40

50

クロロシアンは、青酸と塩素から工業的に製造されており、本発明方法においては液体状態で使用され、脱水剤あるいは蒸留により脱水されたものが望ましい。

本発明においては、反応系内を50～110℃に保持して液体の無水硫酸と液体のクロロシアンを連続的に供給し、反応させる。

反応は発熱反応であり、反応に当たっては反応熱を除去する必要がある、反応系の反応槽を冷却して、更に、充填剤を充填した塔と還流冷却器を付けた攪拌機付きの反応槽を使用し、所望の反応温度に保持すると有利である。

充填塔の塔頂からの排ガスは、コンデンサーで冷却し凝縮した液を全量充填塔に戻し、コンデンサーで凝縮しないガスを更にコンデンサーでブライン冷却しクロロシアンを回収し、反応槽に戻すのが望ましい。

10

#### 【0007】

クロロシアンの使用量は無水硫酸1モルに対して0.8～1.3モル、好ましくは0.9～1.1モルの割合である。すなわち、0.8モル倍未満または1.3モル倍を超えると副生物の形成が多くなり、収率及び品位がともに低下する。

得られた反応液からのクロロスルホニルイソシアネートの精製は、蒸留により行うことができる。例えば、反応系から反応液を連続的に抜き出すか又回分式に全量取り出して、常圧下で副生物を分解しながら蒸留することができる。得られた粗クロロスルホニルイソシアネートを所望によりさらに、精製蒸留して高品位のクロロスルホニルイソシアネートを得ることができる。

#### 【0008】

本発明の方法では、無水硫酸とクロロシアンとを、液相の反応系で反応させ、更に、液相の反応系から気化したものを気相部で反応させる。

無水硫酸とクロロシアンは反応系中で当モルずつ存在させるのが不純物の生成を防止するのに望ましく、更に、無水硫酸とクロロシアンを出来るだけ希釈した状態で反応させるのが望ましい。したがって、30分間以上の生成量のクロロスルホニルイソシアネートを溶媒として予め存在させて無水硫酸とクロロシアンの連続供給を開始するか、或いは、連続的に反応を行う場合には、30分以上の好ましくは1時間以上更に好ましくは1時間30分以上の無水硫酸とクロロシアンの供給量に相当する反応液を常に反応系に滞留させて、無水硫酸とクロロシアンを連続供給し同時に連続的に供給量に相当する反応液を反応系から排出するのが便利である。

20

30

#### 【0009】

##### 【実施例】

##### 実施例1

300mlの四つ口フラスコに攪拌器、温度計、1.5cmφの充填塔に3.0mmφのガラス製ラシヒリングを20cm充填した充填塔及び還流冷却器を取りつけた。

この四つ口フラスコ内にクロロスルホニルイソシアネート141.5gを入れ、約90℃に加熱した。

反応系を90～105℃に保持しながらこの中に定量ポンプでクロロシアンを2.05g/min、無水硫酸を2.67g/minの速度で1時間滴下した。クロロシアンの総供給量は123g、無水硫酸の総供給量は160gだった。滴下終了してから100～105℃で0.5時間攪拌し反応を完結させた。

40

#### 【0010】

反応終了後、取りつけた充填塔を使用して常圧で蒸留し、沸点105～107℃/760mmHgの留分として421gの粗製のクロロスルホニルイソシアネートを得た。

さらに高純度のクロロスルホニルイソシアネートを得る為に、300mlのフラスコに1.5cmφの充填塔に3.0mmφのガラス製ラシヒリングを20cm充填した充填塔及び還流分配器をつけ、常圧で蒸留し、沸点106～107℃/760mmHgの留分で410g（収率95.0%）の精製クロロスルホニルイソシアネートを得た。純度は99.0%であった。

#### 【0011】

50

## 実施例 2

300 ml の四つ口フラスコに攪拌器、温度計、1.5 cm  $\phi$  の充填塔に3.0 mm  $\phi$  のガラス製ラシヒリングを20 cm 充填した充填塔及び還流冷却器を取りつけた。

この四つ口フラスコ内にクロロスルホニルイソシアネート141.5 g を入れ、約90℃に加熱した。

反応系を90～105℃に保持しながらこの中に定量ポンプでクロロシアンを2.05 g/min、無水硫酸を2.67 g/min（クロロシアンと無水硫酸の供給量は1時間当たり2モルに相当）で、1.5時間滴下した。その後、滴下を続けながら供給量とほぼ同量の反応液を連続的に抜き出し8時間反応を続けた。

## 【0012】

反応終了後、排出した反応液を常圧で蒸留し、沸点105～107℃/760 mmHg の留分として粗製のクロロスルホニルイソシアネートを得た。

さらに高純度のクロロスルホニルイソシアネートを得る為に、実施例1に準じて常圧で蒸留し、沸点106～107℃/760 mmHg の留分で精製クロロスルホニルイソシアネートを得た。純度は99.0%であり、クロロシアンからの収率は95.0%だった。

## 【0013】

## 【発明の効果】

原料を液体で供給するので流量制御が正確であり、よって、反応副生物が少なくクロロスルホニルイソシアネートの純度が高く、高収率であり、更に、原料のガス化工程を必要とせず、工業的にも極めて簡単な方法で製造することができる。